

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication : 2 657 088

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : 90 00387

⑤1 Int Cl⁵ : C 10 M 169/04/(C 10 M 169/04, 101:02, 107:08,
159:00) C 10 N 30:06

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 15.01.90.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : 19.07.91 Bulletin 91/29.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : Société Anonyme dite: BP FRANCE
— FR.

⑦2 Inventeur(s) : Pihant Bernard, Guillaumin Jean-Luc et
Roger Arlette.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : Bureau D.A. Casalonga - Josse.

⑤4 Huile lubrifiante hydro-synthétique.

⑤7 L'invention concerne une huile lubrifiante hydro-
synthétique comprenant, en association,

a) une base hydrocraquée obtenue par distillation atmos-
phérique de pétrole brut, suivie d'une distillation sous vide
du résidu et d'un hydrocraquage sous 150 bars d'hydro-
gène à environ 400°C sur lit fixe en présence de cataly-
seurs métalliques, ayant un indice de viscosité d'environ
120 à 135, une volatilité NOACK inférieure ou égale à 22%,
mesurée suivant la méthode NFT 60 161, une viscosité à
40°C comprise entre 7 et 46 mm²/s et une stabilité à l'oxy-
dation à 95°C suivant la norme ASTM-D 943-76 (TOST) ou
NFT 60 150 comprise entre environ 8000 et 10 000 heures,

b) un polyisobutène obtenu par polymérisation en phase
liquide d'un mélange d'oléfines à 4 atomes de carbone ri-
ches en isobutène et exemptes de double liaisons conju-
guées, ayant une viscosité comprise entre 100 et 1000
mm²/s à 100°C et

c) une additivation extrême pression constituée par un
mélange de dopes multifonctionnels.

Application à la lubrification des engrenages, paliers à
roulement ou paliers lisses ainsi que des roulements de bo-
gies de trains à grande vitesse, des compresseurs d'air,
des circuits hydrauliques et des moteurs.

FR 2 657 088 - A1



HUILE LUBRIFIANTE HYDRO-SYNTHETIQUE.

L'invention concerne une huile lubrifiante hydro-synthétique pour transmissions mécaniques tels qu'engrenages, paliers à roulement
5 ou paliers lisses et notamment pour bogies de trains à grande vitesse, ainsi que pour compresseurs, moteurs et circuits hydrauliques.

Depuis une vingtaine d'années, le développement des chemins de fer présente dans tous les domaines un aspect spectaculaire. Après
10 plus d'un siècle d'existence de ce moyen de transport, les progrès dans les domaines de la vitesse et du confort se sont multipliés. Aujourd'hui encore, une partie importante des communications des pays aussi bien industrialisés qu'en voie de développement, passe par les artères ferroviaires. Le Japon, la France, l'Allemagne, l'Italie ont
15 créé de nouvelles lignes de transport économique à grande vitesse de l'ordre de 300 km/h ou même plus, surtout destinées aux voyageurs sur des distances de 600 à 1000 km.

Participer à la lubrification de tels transports a donc constitué un objectif prioritaire pour la demanderesse qui s'est
20 engagée dans le challenge lancé par la SNCF (Société Nationale des Chemins de Fer Français) pour lubrifier les essieux ou bogies du train à grande vitesse dit "TGV ATLANTIQUE".

Les niveaux de vitesse atteints par les trains à grande vitesse ainsi que les puissances mises en oeuvre amènent des niveaux de
25 température en continu qui justifient un relèvement de l'ensemble des

performances des lubrifiants actuellement utilisés qui sont généralement des huiles minérales traditionnelles dopées extrême pression pour transmissions mécaniques de véhicules moteurs s'apparentant aux lubrifiants pour engrenages industriels ou aux huiles pour transmissions automobiles.

Il est donc devenu nécessaire d'améliorer, par rapport aux formules classiques d'huiles minérales traditionnelles, conjointement les propriétés anti-usure/extrême pression, liées à la longévité des organes mécaniques en contact, et la stabilité thermique et à l'oxydation, liées à la longévité au vieillissement de l'huile, afin de permettre un espacement des vidanges tout en maintenant la miscibilité avec les huiles traditionnelles.

Il est connu jusqu'à ce jour d'utiliser, pour la lubrification des pièces mécaniques, des associations d'huiles minérales (éventuellement complétées par des additifs extrême pression) ou de lubrifiants naturels, et en particulier des polybutènes de poids moléculaire élevé.

Cependant, de telles associations ne répondent pas nécessairement aux spécifications techniques exigées actuellement, notamment pour les niveaux élevés de vitesse et de puissance utilisés.

Au cours de ses recherches, la demanderesse a découvert que l'association d'une base minérale hydro-synthétique ou hydrocraquée particulière avec une base de type polyisobutène répondant à certains critères de viscosité et une additivation extrême pression permettait d'atteindre les spécifications requises en matière de lubrifiants pour engrenages et roulements de bogies de TGV.

Cette association comprend

a) une base hydrocraquée, qu'on appellera ci-après "BHK", présentant un indice de viscosité d'environ 120 à 135, une stabilité à l'oxydation à 95°C dans l'essai ASTM-D 943-76 (TOST) ou NFT 60 150 d'environ 8000 à 10 000 heures pour un indice d'acide de 2 mg KOH/g, une volatilité NOACK inférieure ou égale à 22%, mesurée suivant la méthode NFT 60.161 et une viscosité à 40°C comprise entre 7 et 46 mm²/s,

b) un polyisobutène de viscosité comprise entre 100 et 1000 mm²/s à 100°C et

c) une additivation extrême pression constituée par un mélange de dopes multifonctionnels.

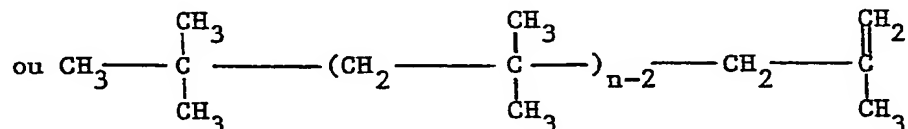
5 La base hydrocraquée est une base fabriquée par BP FRANCE, obtenue par distillation atmosphérique de pétrole brut, suivie d'une distillation sous vide du résidu et enfin d'un hydrocraquage sous 150 bars d'hydrogène à environ 400°C sur lit fixe en présence de catalyseurs métalliques.

10 Cette base hydrocraquée présente un indice de viscosité naturel élevé, ce qui signifie que la rhéologie du produit dans les conditions extrêmes de température est améliorée par moindre variation de la viscosité. Elle présente également une excellente stabilité naturelle à l'oxydation ainsi qu'une faible volatilité liée
15 à l'étroitesse des coupes distillatoires comparées aux coupes d'huiles conventionnelles. Grâce à l'excellente stabilité à l'oxydation de la base BHK, les lubrifiants formulés avec cette base vieillissent deux à quatre fois moins vite que ceux formulés avec les huiles conventionnelles.

20 La base de type polyisobutène ou P.I.B. est obtenue par polymérisation en phase liquide d'un mélange d'oléfines à 4 atomes de carbone riches en isobutène et exemptes de doubles liaisons conjuguées.

La formule développée du P.I.B. est la suivante :

25



30 n étant le degré de polymérisation.

La base polyisobutène utilisée est également fabriquée par la Société BP FRANCE par un procédé conduisant à la polymérisation préférentielle de l'isobutène, le butène linéaire intervenant comme limiteur de chaîne.

35

La demanderesse a sélectionné un polyisobutène de poids moléculaire moyen adapté qui permet l'obtention d'un compromis satisfaisant sur le plan viscosité du produit entre l'évaporation des fractions les plus légères et le vieillissement qui conduisent à un épaississement et le cisaillement mécanique éventuel qui conduit à l'effet inverse.

Quant à l'additivation extrême pression, il s'agit de préférence d'un mélange de dopes multifonctionnels antiusure, antioxydant, antirouille, sans cendre, du type phosphore-soufre, convenant également pour la constitution des huiles hydrauliques, des huiles pour compresseurs, pour engrenages, transmissions et turbines, imposant à la fois des performances "extrême pression" et de longévité au vieillissement.

Cette additivation extrême pression permet de préserver la persistance du film d'huile afin d'éviter le grippage et de fonctionner à température supérieure à 100°C. Par réaction chimique à chaud, elle crée de manière classique des sulfures et des phosphures qui réagissent comme lubrifiants solides de complément créés "in situ".

Le mélange lubrifiant selon l'invention comprend avantageusement 20 à 65% en poids de base hydrocraquée (BHK), 30 à 75% en poids de polyisobutène (PIB), et 0,1 à 5% en poids d'additivation extrême pression.

Un lubrifiant particulièrement approprié pour l'application particulière envisagée, c'est-à-dire la lubrification des bogies de trains à grande vitesse, est constitué par une association de 40% en poids de BHK, 58% en poids de PIB et 2% en poids d'additivation extrême pression qui lui confère une excellente stabilité thermique, une excellente résistance à l'oxydation, une faible volatilité associée en service à une légère augmentation favorable de la viscosité, une propriété d'élasticité et d'absorption des pointes de charge mécaniques, une très bonne compatibilité avec les huiles minérales et un coût compétitif comparé à celui des huiles de synthèse concurrentes. De plus, grâce à sa longévité au vieillissement accrue, ce lubrifiant permet un espacement des

vidanges pouvant atteindre jusqu'à trois fois la périodicité normalement admise aujourd'hui.

Les principales caractéristiques physico-chimiques de l'association BHK/PIB/additifs EP selon l'invention sont indiquées dans le tableau suivant.

TABEAU

	<u>Caractéristiques</u>	<u>Unités</u>	<u>Méthode</u>	
5	- Point d'éclair en vase ouvert	°C	NFT 60 118	> 220
	- Point d'écoulement	°C	NFT 60 105	< -18
	- Viscosité cinématique à 40°C	mm ² /s	NFT 60 100	≤ 220
	- Viscosité à la température			
	maxi de fonctionnement	mm ² /s		≥ 12
10	- Indice de viscosité		NFT 60 136	> 100
	- Stabilité thermique et à l'oxydation à 130°C au lieu de 95°C		ASTM D 2893	
	Augmentation viscosité à 100°C	%		< 10
15	Insolubles hexane	mg/100 ml		< 100
	- Désémulsion (82°C)	ml/ml/min	NFT 60 125	
	V. huile mini			40
	V. émulsion			3
	Temps	minutes		≤ 30
20	- Propriétés anti-usure et EP			
	4 billes anti-usure 1h/40 kg	mm	ASTM-D 2266	≤ 0,45
	- Palier FZG			
	à /16,6 m/s (vitesse au diamètre primitif)			
25	à 120°C au lieu de 90°C	Palier	DIN 51 345	> 12

30 L'huile lubrifiante hydro-synthétique selon l'invention conçue pour engrenages et roulements de bogies de trains à grande vitesse peut également être utilisée pour la lubrification des paliers à roulements ou paliers lisses de toutes tailles ainsi que des compresseurs, des circuits hydrauliques voire même des moteurs.

REVENDEICATIONS

1. Huile lubrifiante hydro-synthétique caractérisée par le fait qu'elle comprend, en association,

5 a) une base hydrocraquée obtenue par distillation atmosphérique de pétrole brut, suivie d'une distillation sous vide du résidu et d'un hydrocraquage sous 150 bars d'hydrogène à environ 400°C sur lit fixe en présence de catalyseurs métalliques, ayant un indice de viscosité d'environ 120 à 135, une volatilité NOACK inférieure ou égale à 22%, mesurée suivant la méthode NFT 60 161, une viscosité à 10 40°C comprise entre 7 et 46 mm²/s et une stabilité à l'oxydation à 95°C suivant la norme ASTM-D 943-76 (TOST) ou NFT 60 150 comprise entre environ 8000 et 10 000 heures,

15 b) un polyisobutène obtenu par polymérisation en phase liquide d'un mélange d'oléfines à 4 atomes de carbone riches en isobutène et exemptes de double liaisons conjuguées, ayant une viscosité comprise entre 100 et 1000 mm²/s à 100°C et

c) une additivation extrême pression constituée par un mélange de dopes multifonctionnels.

20 2. Huile lubrifiante hydro-synthétique selon la revendication 1, caractérisée par le fait qu'elle comprend 20 à 65% en poids de base hydrocraquée, 30 à 75% en poids de polyisobutène et 0,1 à 5% en poids d'une additivation extrême pression.

25 3. Huile lubrifiante hydro-synthétique selon la revendication 1 ou 2, caractérisée par le fait qu'elle comprend 40% en poids de base hydrocraquée, 58% en poids de polyisobutène et 2% en poids d'une additivation extrême pression.

4. Huile lubrifiante hydro-synthétique selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée par le fait qu'elle possède les propriétés physico-chimiques suivantes :

- 30 - Point d'éclair en vase ouvert $> 220^{\circ}\text{C}$
- Point d'écoulement $< -18^{\circ}\text{C}$
- Viscosité cinématique à 40°C $\leq 220 \text{ mm}^2/\text{s}$
- Viscosité à la température maximale de fonctionnement $\geq 12 \text{ mm}^2/\text{s}$
- Indice de viscosité > 100

- Stabilité thermique et à l'oxydation à 130°C
 - . augmentation viscosité à 100°C $< 10\%$
 - . insolubles hexane < 100 mg/100 ml
 - Désémulsion (82°C)
 - Volume d'huile minimum 40 ml/ml/min
 - Volume d'émulsion 3 ml/ml/min
 - Temps < 30 minutes
 - Propriétés anti-usure et EP :
 - 4 billes anti-usure (1 heure/40 kg) $\leq 0,45$ mm
- 5
- 10
- 15
- 20
5. Huile lubrifiante hydro-synthétique selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée par le fait que l'additivation extrême pression est un mélange de dopes multifonctionnel du type phosphore-soufre.
6. Huile lubrifiante hydro-synthétique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, pour son application à la lubrification des engrenages et paliers à roulement ou paliers lisses, des compresseurs, circuits hydrauliques ou moteurs.
7. Huile lubrifiante hydro-synthétique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, pour son application à la lubrification des roulements de bogies de trains à grande vitesse.

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLERAPPORT DE RECHERCHE
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la rechercheFR 9000387
FA 436794

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
Y	EP-A-0 326 975 (UK MINERALÖLWERKE WENZEL & WEIDMANN) * En entier *	1,2,5-7
Y	DE-A-2 250 406 (SUN OIL) * En entier *	1,2,5-7
A	---	4
Y	GB-A- 933 340 (COSDEN PETROLEUM CORP.) * En entier *	1,2,5-7
Y	EP-A-0 341 574 (IDEMITSU KOSAN CO.) * En entier *	1,2,5-7
Y	GB-A-1 109 731 (MOBIL OIL) * En entier *	1,2,5-7
Y	CA-A-1 177 817 (GARNER et al.) * En entier *	1,2,5,6
A	---	4
Y	CH-A- 475 340 (LABOFINA) * En entier *	1,2,5,6
A	FR-A-2 195 673 (STAUFFER CHEM. CO.) * Rev.; tableaux *	1,2,4,5 ,6
A	FR-A-2 096 743 (SUN OIL) * En entier *	1,2,4,5 ,6
A	US-A-3 838 049 (SOUILLARD et al.) * En entier *	1,2,4-6
	--- -/-	
Date d'achèvement de la recherche 26-09-1990		Examineur DE LA MORINERIE B.M.S.B.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ----- & : membre de la même famille, document correspondant

THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK (USPTO)